

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

# PATENTSCHRIFT



(12) Ausschließungspatent

(11) **DD 292 587 A7**

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2  
Patentgesetz der DDR  
vom 27. 10. 1983  
in Übereinstimmung mit den entsprechenden  
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 03 B 37/018

## DEUTSCHES PATENTAMT

(21) DD C 03 B / 293 882 7

(22) 27.08.86

(45) 08.08.91

(71) siehe (73)

(72) Kirchhof, Johannes, Dr. Dipl.-Chem.; Knoch, Hardo, Dipl.-Phys.; Poppitz, Elke, Dipl.-Chem.; Unger, Sonja,  
Dr. Dipl.-Chem., DE

(73) Physikalisch-Technisches Institut, Helmholtzweg 4, O - 6900 Jena, DE

(74) siehe (73)

(54) **Verfahren zur Reduzierung des OH-Gehaltes von Lichtwellenleitervorformen**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reduzierung des OH-Gehaltes von Lichtwellenleitervorformen, welches beim Einsatz des MCVD-Innenrohrbeschichtungsverfahrens Anwendung findet. Die Aufgabe der Erfindung, durch einen modifizierten Kollabierprozeß den OH-Gehalt der den Lichtwellenleiterkern bildenden Schichten zu reduzieren, wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß während einer Durchleitung fluorhaltiger Verbindungen beim Kollabieren eine Wärmebeaufschlagung des zu kollabierenden Rohres einzig in Richtung der Gasdurchströmungsrichtung vorgenommen wird.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

**Patentanspruch:**

1. Verfahren zur Reduzierung des OH-Gehaltes von Lichtwellenleitervorformen unter Anwendung des MCVD-Innenrohrbeschichtungsverfahrens und Durchleitung halogenidhaltiger Verbindungen während des Kollabierens, gekennzeichnet dadurch, daß während der Durchleitung fluorhaltiger Verbindungen eine Wärmebeaufschlagung des kollabierenden Rohres einzig in Richtung der Gasdurchströmungsrichtung vorgenommen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmebeaufschlagung in Richtung der Gasdurchströmungsrichtung zumindest beim letzten Durchlauf vor dem völligen Kollabieren des Rohres vorgenommen wird.
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Temperatur der zur Wärmebeaufschlagung eingesetzten Wärmequelle um 100–300 K zumindest bei den letzten Durchläufen gegenüber den ersten Kollabierdurchläufen verringert wird.

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reduzierung des OH-Gehaltes von Lichtwellenleitervorformen, welches bei Einsatz des MCVD-Innenrohrbeschichtungsverfahrens Anwendung findet.

**Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Als wesentliche Verunreinigungen in Lichtwellenleitern haben sich OH-Gruppen erwiesen, die zu starken Absorptionen bei ca. 1,4  $\mu\text{m}$  Wellenlänge führen und damit die Übertragung in den optischen Fenstern 1,3  $\mu\text{m}$  bzw. 1,55  $\mu\text{m}$  stören. Diese Gruppen können in verschiedenen Stadien des Herstellungsprozesses eingeschleppt werden. Beim MCVD-Prozeß besteht besonders die Gefahr, daß bereits geringste Wasserspuren im gasförmigen Sauerstoff ( $\approx 1$  ppm), der beim Kollabieren durch das Rohr geleitet wird, zu drastischem Einbau von OH-Gruppen Anlaß geben. Dieser Effekt ist besonders bei der Herstellung von Monomodelichtwellenleitern kritisch. Eine Reduzierung dieses Störeffekts wird nach dem Stand der Technik dadurch erreicht, daß dem Sauerstoff Chlor bzw. chlorhaltige Verbindungen beigemischt werden (Walker u. a.; International Conference on Integrated and Optical Fiber Communication, 3 1981 San Francisco/FR-PS 2.540.997); diese Arbeitsweise wird bereits umfassend bei der Lichtwellenleiterherstellung genutzt. Um eine Verbesserung des Brechzahlprofils des Lichtwellenleiters (Verringerung des zentralen Brechzahlsturzes) zu erzielen, wurde vorgeschlagen, beim Kollabieren fluorhaltige Verbindungen ( $\text{CF}_4$ ,  $\text{CCl}_2\text{F}_2$ ,  $\text{C}_2\text{F}_6$  usw.) durch das beschichtete Rohr zu leiten (FR-PS 2.504.514, GB-PS 2.084.998, EP 117.009). Als Nebeneffekt wurde eine gegenüber der Chlorbehandlung verstärkte Reduzierung des OH-Gehaltes beobachtet. Für höhere Anforderungen an die Übertragungseigenschaften von Lichtwellenleitern sind diese OH-Gehalte jedoch immer noch unerwünscht hoch.

**Ziel der Erfindung**

Es ist das Ziel der Erfindung, den OH-Gehalt von Lichtwellenleitervorformen zu senken.

**Darlegung des Wesens der Erfindung**

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren anzugeben, das unter Anwendung des MCVD-Innenrohrbeschichtungsverfahrens durch einen modifizierten Kollabierprozeß den OH-Gehalt der den Lichtwellenleiterkern bildenden Schichten reduziert. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß während einer Durchleitung fluorhaltiger Verbindungen beim Kollabieren eine Wärmebeaufschlagung des zu kollabierenden Rohres einzig in Richtung der Gasdurchströmungsrichtung vorgenommen wird. Als Mindestmaßnahme für den Eintritt des erfindungsgemäßen Erfolges ist zu gewährleisten, daß die Führung der Wärmequelle in Richtung der Gasdurchströmungsrichtung beim letzten Durchlauf, d. h. vor dem endgültigen Kollabieren des Rohres, vorgenommen wird. Es hat sich im Rahmen der Erfindung als vorteilhaft erwiesen, die Temperatur der Wärmequelle beim erfindungsgemäßen Durchlauf um 100–300 K zu senken. Bei Einsatz des erfindungsgemäßen Verfahrens wird eine Reduzierung des OH-Gehaltes und damit der OH-Spitze bei 1,4  $\mu\text{m}$  um das Zehnfache gegenüber den Verfahren nach dem Stand der Technik zur Senkung des OH-Gehaltes erreicht.

**Ausführungsbeispiel**

Die Erfindung soll anhand nachstehender Ausführungsbeispiele näher erläutert werden:

- a) Durch ein in bekannter Weise zur Herstellung eines Monomoden-Lichtwellenleiters innenbeschichtetes Rohr (20 mm  $\times$  16 mm) wird nach der Beschichtung ein Gemisch von gasförmigen  $\text{C}_2\text{F}_3\text{Cl}_3$  und Sauerstoff geleitet. Die Strömungsgeschwindigkeiten betragen 10  $\text{cm}^3 \text{min}^{-1}$  bzw. 130  $\text{cm}^3 \text{min}^{-1}$ . Ein Knallgasbrenner bewegt sich in zwei Durchläufen mit Geschwindigkeiten von 8 bzw. 5  $\text{cm min}^{-1}$  in Richtung des Gasstromes am Rohr entlang und erhitzt das Rohr auf Temperaturen von ca. 2600 K. Beim Rücklauf des Brenners wird gemäß der Erfindung ein Heizen des Rohres verhindert.

Bei diesem Vorgang kollabiert das Rohr bis auf eine bleibende Öffnung von ca. 1 mm Durchmesser, die in einem dritten Brennerdurchlauf mit  $3\text{ cm min}^{-1}$  (ohne strömendes Gas) vollständig geschlossen wird. Die aus der Preform gezogene Faser weist eine OH-Absorption bei  $1,4\text{ }\mu\text{m}$  von  $<0,5\text{ dB km}^{-1}$  auf.

Eine entsprechend hergestellte Faser, bei der sich aber der Brenner in den Kollabierdurchläufen nicht streng in Richtung des Gasstromes bewegt (entsprechend der bekannten technischen Lösungen), weist eine OH-Absorption bei  $1,4\text{ }\mu\text{m}$  von  $6\text{ dB km}^{-1}$  auf.

- b) In einem zweiten Beispiel wird das Kollabieren (analog dem ersten Beispiel) in den ersten beiden Durchläufen, in denen lediglich Sauerstoff durch das Rohr geleitet wird – also keine fluorhaltigen Verbindungen – so durchgeführt, daß sich der Brenner entgegengesetzt zum Gasstrom bewegt. Anschließend erfolgt ein zusätzlicher Durchlauf mit  $10\text{ cm min}^{-1}$  in Richtung des Gasstromes bei um ca.  $250\text{ K}$  erniedrigter Temperatur und geänderten Gasflüssen ( $30\text{ cm}^3\text{ min}^{-1}$   $\text{C}_2\text{F}_2\text{Cl}_2$  und  $100\text{ cm}^3\text{ min}^{-1}$ ), bevor das Rohr wie im ersten Beispiel völlig abgeschlossen wird. Die fertige Faser besitzt ebenfalls eine OH-Absorption  $<0,5\text{ dB km}^{-1}$  bei  $1,4\text{ }\mu\text{m}$ .